



# Etudes thermochimiques à haute température par spectrométrie de masse : emploi de dispositifs à caloducs pour le maintien isotherme de cellules d'effusion

C. Chatillon, M. Allibert, R. Moracchioli, A. Pattoret

## ► To cite this version:

C. Chatillon, M. Allibert, R. Moracchioli, A. Pattoret. Etudes thermochimiques à haute température par spectrométrie de masse : emploi de dispositifs à caloducs pour le maintien isotherme de cellules d'effusion. [Rapport de recherche] LTPCM. 1974, 21 p. hal-01364059

**HAL Id: hal-01364059**

**<https://hal.science/hal-01364059>**

Submitted on 12 Sep 2016

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

RP 134 (7)

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE

03 FEV. 1975

# LABORATOIRE DE THERMODYNAMIQUE ET PHYSICO-CHIMIE METALLURGIQUES



~~FT~~

170  
ETUDES THERMOCHIMIQUES A HAUTE TEMPERATURE PAR SPECTROMETRIE DE  
MASSE : EMPLOI DE DISPOSITIFS A CALODUCS POUR LE MAINTIEN  
ISOTHERME DE CELLULES D'EFFUSION

par

CHATILLON C., ALLIBERT M., MORACCHIOLI R., et PATTORET A.



REFERENCE:

RAPPORT LTPCM-1974-TM-07

ENSEEG-B.P.44-38401 ST.MARTIN D'HERES-FRANCE

30 JAN. 1975

MS  
1

ETUDES THERMOCHIMIQUES A HAUTE TEMPERATURE PAR SPECTROMETRIE  
DE MASSE : EMPLOI DE DISPOSITIFS A CALODUCS POUR LE MAINTIEN  
ISOTHERME DE CELLULES D'EFFUSION

par

CHATILLON C.<sup>\*</sup>, ALLIBERT M.<sup>\*</sup>, MORACCHIOLI R.<sup>\*\*\*</sup>, PATTORET A.<sup>\*\*\*\*</sup>



\* LABORATOIRE de THERMODYNAMIQUE et PHYSICO-CHIMIE METALLURGIQUES  
E.N.S.E.E.G. - B.P.44 - 38401 SAINT-MARTIN d'HERES - France.

\*\*\* COMMISSARIAT à l'ENERGIE ATOMIQUE, C.E.N.G., Service Transfert Thermique,  
B.P. 85 Centre de Tri - 38041 GRENOBLE CEDEX - France.

\*\*\*\* COMMISSARIAT à l'ENERGIE ATOMIQUE, C.E.N.FAR, Dec. Pu, Sec.b.Pu,  
92260 FONTENAY-aux-ROSES - France.

#### RESUME.-

Différentes solutions ont été testées pour résoudre le problème délicat du maintien isotherme de cellules d'effusion multiples couplées à un spectromètre de masse. Un dispositif constitué par un caloduc, dans lequel sont logées les cellules, permet d'obtenir d'une manière très sûre ce résultat en éliminant pratiquement les risques d'incertitudes dues aux gradients de température.

#### REMERCIEMENTS.-

Le dispositif présenté a été réalisé conjointement par le Laboratoire de Thermodynamique et Physico-chimie Métallurgiques, par le Service des Transferts Thermiques et le Groupement Technique du Centre d'Etudes Nucléaires de Grenoble, grâce à l'appui du Département d'Etude des Combustibles à base de Plutonium du Centre d'Etudes Nucléaires de Fontenay-aux-Roses.

Parmi les difficultés rencontrées lors de l'application de la méthode d'effusion, pour déterminer des pressions de vapeur, une des plus délicates concerne le maintien isotherme des cellules. La température du système à étudier, qui demande à être connue avec précision, ne peut être convenablement définie ou connue si un gradient de température existe dans la cellule d'effusion.

La fonction à établir est habituellement du type  $P(T)$  ; elle peut être convenablement représentée dans un intervalle de température couvrant plusieurs centaines de degrés par la relation :

$$\ln P = - \frac{\Delta H_v(T_m)}{RT} + \frac{\Delta S_v(T_m)}{R}$$

Pour ces conditions :

$$\frac{dP}{P} = \frac{\Delta H_v(T_m)}{R} \frac{dT}{T^2}$$

Par suite de la valeur généralement élevée de l'enthalpie d'évaporation  $\Delta H_v(T_m)$  un abaissement local de la température peut limiter les pressions et affecter notablement la qualité de la mesure. Ainsi à 1000 K et pour  $\Delta H_v(T)$  de 100 Kcal/mole, une zone plus froide de quelques degrés entraîne une erreur maximale sur la pression de l'ordre de 20 %.

L'emploi de fours à rayonnement de grandes dimensions par rapport à la cellule, ou le chauffage par induction directe avec un couplage bien réparti, permettent généralement d'assurer une homogénéité de température acceptable dans les dispositifs non analytiques ou seule une perte de masse est mesurée.

Dans le cas, de plus en plus fréquent, du choix d'un spectromètre de masse comme détecteur quantitatif du flux d'effusion la conception habituelle du dispositif tend à accentuer la difficulté d'obtention de conditions isothermes. Le couplage de cellules d'effusion avec une source d'ions n'autorise généralement pas l'utilisation de fours spacieux possédant une grande zone de température homogène, notamment à cause de la distance nécessairement faible entre la cellule et la source. Cette dernière doit en outre être isolée du four du point de vue du vide, des radiations thermiques et des condensations diverses.

L'augmentation du nombre d'écrans de rayonnement et la restriction des orifices pratiqués dans ceux-ci pour le passage du jet moléculaire peut apparaître favorable mais il tend à faire croître les contributions parasites de réévaporation, autre cause importante d'erreur<sup>(1)</sup>.

Les risques <sup>d'incertitudes</sup> ~~d'erreurs~~ dues à ces gradients de température, coutumiers aux expérimentateurs utilisant la technique spectrométrique, ont été signalés à plusieurs reprises<sup>(2)(3)</sup>.

Les difficultés rencontrées se trouvent encore amplifiées lorsque des cellules jumelles ou multiples sont employées pour comparer des systèmes à activités voisines<sup>(4)</sup>. La dimension plus grande du réacteur, entre autre, rend le problème plus ardu alors qu'une plus grande précision dans les mesures est alors recherchée (cas notamment des alliages métalliques dans lesquels les interactions entre constituants sont souvent faibles<sup>(5)</sup>).

Afin de bénéficier des avantages propres à cette méthode comparative directe<sup>(4)(5)</sup> nous avons recherché des solutions permettant d'en améliorer la fiabilité. Après diverses tentatives peu convaincantes, au moyen de fours classiques à rayonnement, nous avons réalisé deux types de montages à partir des critères suivants :

- éviter si possible les réévaporations d'écran, (notamment en favorisant l'écart de température entre la cellule et les premiers écrans). Pour cela les résistances de chauffage sont logées dans l'enveloppe porte-cellules.

- pouvoir intervenir sur les éventuels gradients de température entre cellules ou le long de ces cellules et les ramener à une valeur faible et contrôlable.

Les fours à cellules multiples décrits ci-dessous sont fixés sur l'axe vertical d'un ensemble mobile destiné à placer successivement sur l'axe de la source d'ions les différentes cellules. Les conditions opératoires propres à ce montage ont été précisées par ailleurs<sup>(4)</sup>. Le dispositif que nous présentons est adapté à un spectromètre de masse à simple focalisation magnétique<sup>(6)</sup>; la source est du type NIER, sans champ magnétique. La collection des ions est assurée par un multiplicateur d'électrons secondaires, et un électromètre CARY.

#### I - CELLULES MULTIPLES avec CHAUFFAGE à RESISTANCES INTEGREES.-

Les quatre cellules d'effusion sont à l'intérieur d'un bloc métallique en Molybdène. Un couvercle vient fermer le tout (fig. 1). Un fil résistif en Tantale, isolé par des perles en alumine, est logé dans une série de trous percés dans le bloc et son couvercle. Trois résistances indépendantes permettent ainsi de chauffer respectivement les couvercles des cellules, les parois et les fonds. Dans la mesure du possible une symétrie mécanique et thermique est respectée. Afin de compenser la fuite thermique par conduction due aux supports, une garde thermique, conçue de la même façon que le bloc des cellules est disposée sous ce dernier et sert d'assise. L'ensemble de ce dispositif est entouré de trois écrans de rayonnement. Il peut fonctionner jusqu'à 1500°C. Les mesures de température sont effectuées au moyen de dix thermocouples Pt-Rh 6%/Pt-Rh 30%, dont neuf sont montés en opposition par rapport à un couple de référence. Les dix thermocouples sont répartis dans les plans des couvercles des cellules, sous les creusets et sur l'axe de l'ensemble. Un onzième thermocouple permet le contrôle de la garde thermique.

Le trajet de chaque thermocouple dans la zone de température à mesurer est suffisamment long pour éviter les écarts de mesure dus aux fuites thermiques par les thermocouples eux-mêmes et leur gaine. Les essais effectués avec ce type de four ont montré :

- que le contrôle des gradients locaux est délicat. Ils peuvent être importants à proximité des filaments chauds, notamment dans les zones où sont situés les orifices d'effusion.

- que la localisation du thermocouple a alors beaucoup d'importance. En conséquence il subsistera toujours un doute sur la température effective de la cellule d'effusion.

Néanmoins, après établissement d'un gradient de l'ordre de  $10^{\circ}\text{C}$  entre les couvercles et les fonds de cellules, on observe des températures identiques au fond des cellules ( $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$  = précision des thermocouples), et des intensités ioniques très voisines pour des cellules identiques, contenant le même corps pur. La dispersion des points dépasse toutefois la précision de lecture. La symétrie thermique des cellules n'est sans doute pas parfaite et l'équilibre est très long à atteindre. Les activités, même après lissage des mesures, ne sont alors connues qu'à  $\pm 5\%$  près.

Un tel dispositif de chauffage par résistances intégrées, qui offre en principe le plus de souplesse pour la correction des gradients thermiques, est en fait assez difficile à utiliser. Les incertitudes sur la température et les activités sont encore importantes pour le type de mesures envisagé sur les alliages métalliques. La réalisation pourrait certainement en être améliorée. Toutefois, plutôt que de s'attacher à perfectionner un montage délicat et complexe, nous nous sommes orientés vers la recherche d'une enveloppe de cellules parfaitement isotherme par construction. La solution du problème pouvant être offerte par un milieu à conductibilité thermique très élevée, la technique des caloducs nous est apparu prometteuse pour concevoir un dispositif dont l'équilibre thermique serait auto-régulé.



## II - CELLULES MONTEES dans un DISPOSITIF à CALODUC .-

### a) Principe :

Comme il est bien connu, les caloducs sont des dispositifs utilisant les phénomènes d'évaporation-condensation pour véhiculer la chaleur. Schématiquement constitué par une enceinte fermée contenant un fluide vaporisable, un caloduc comprend une zone d'évaporation recevant l'énergie calorifique, ██████ un conduit sensiblement adiabatique assurant l'écoulement gazeux et une zone de condensation ; le liquide peut retourner à l'évaporateur le long des parois dans une structure capillaire permettant sa répartition pour une position même non verticale. Des limitations techniques aux températures élevées sont surtout imposées par les propriétés mécaniques de l'enceinte et sa compatibilité avec le fluide caloporteur dans ce cas métallique. Le transfert thermique est ainsi assuré par un flux de vapeur dont la densité maximale est régie par la courbe de saturation ; il peut être de plusieurs ordres de grandeur plus élevé que celui autorisé par les meilleurs conducteurs calorifiques.

Depuis la mise en évidence de cette intéressante propriété<sup>(7)</sup> ces dispositifs ont fait l'objet de nombreuses recherches tant pour optimiser leur fonctionnement qu'améliorer leur fiabilité et leur technologie<sup>(8 à 15)</sup>.

Leur développement a surtout été orienté par leurs remarquables qualités pour la transmission de la chaleur. Un autre aspect très intéressant, conséquence de leur conductibilité effective très élevée, résulte du fait que la température des zones de condensation peut demeurer très voisine de celle des zones d'évaporation : le système peut constituer un milieu quasi-isotherme<sup>(8)</sup>.

Cette propriété a été directement mise à profit principalement en spectroscopie optique pour l'obtention de milieux gazeux à long trajet optique et comportant éventuellement plusieurs constituants<sup>(16 à 22)</sup>. La possi-

bilité d'imposer une pression interne au moyen d'un gaz permanent facilite leur utilisation et étend leurs performances ; elle permet la détermination directe de points d'ébullition sous pression donnée<sup>(23)</sup>.

Une application indirecte, dans laquelle le fluide caloporteur n'est pas étudié pour lui-même, est la réalisation de fours optimisés pour l'obtention de conditions isothermes dans une cavité entièrement entourée par le dispositif. Les gradients de température devraient pouvoir être limités à une fraction de degré pour une conception convenable.

Une enceinte à caloduc apparaît ainsi comme une solution simple et très prometteuse pour satisfaire aux conditions isothermes nécessaires pour les mesures précises citées plus haut. Nous l'avons appliqué au montage pour cellules d'effusion multiples.

#### b) Description du four (fig. 2) :

L'ensemble réalisé comporte deux caloducs emboîtés. Les quatre cellules d'effusion sont entièrement enveloppées à l'exception d'une portion de surface entourant les orifices d'effusion. Le caloduc supérieur est conçu de telle sorte que sa température au niveau de l'orifice d'effusion soit supérieure de quelques degrés à l'ensemble de l'enveloppe. Les deux caloducs sont dissociables afin de pouvoir changer les cellules. L'enveloppe et la structure capillaire sont en acier inoxydable. Le fluide caloporteur est du Sodium de haute pureté ; il est introduit sous vide au travers d'un queusot fermé ensuite par fusion au moyen d'un canon à électrons. L'établissement de conditions isothermes dépend beaucoup du vide réalisé avant obturation. Les cellules, composées d'un creuset muni d'un couvercle peuvent être chimisées d'un matériau différent afin d'éviter la détérioration du caloduc si le produit étudié se répand par grimpage ou de toute autre manière. Des conduits réalisés dans le caloduc inférieur permettent d'introduire plusieurs thermocouples : quatre sous les cellules et quatre sur les couvercles.

Le chauffage ne demandant pas à être uniformément réparti, le résistor, constitué d'un fil de tantale isolé par des perles d'alumine, est placé à la partie inférieure du dispositif. Ce dernier est entouré d'écrans

pour limiter les pertes thermiques par rayonnement. L'écart de température entre les deux caloducs, qui engendre le faible gradient thermique souhaitable entre le fond des cellules et leur couvercle, est ajusté en fixant la valeur relative de la fuite thermique par le nombre des écrans supérieurs et inférieurs.

### III - UTILISATION et PERFORMANCE de l'APPAREILLAGE.-

Les tests de l'appareillage ont été effectués de deux manières :

- Mesure par thermocouples des températures des fonds et des couvercles des cellules.
- Mesure des intensités ioniques enregistrées lors d'étalonnages sur des corps purs.

Les caractéristiques géométriques et les matériaux des cellules d'effusion utilisées pour effectuer ces étalonnages sont résumés dans le tableau I.

Les observations conduisent aux résultats suivants :

#### a) Températures d'utilisation :

- La température d'amorçage des caloducs ainsi conçus et disposés, est de 550°C environ. Pratiquement, au-dessous de 650°C, les temps de mise en équilibre des cellules avec les caloducs sont très longs et les mesures ne s'en trouvent pas facilitées. Même si les thermocouples semblent indiquer une température constante et uniforme, il est nécessaire de suivre l'évolution des différentes intensités ioniques jusqu'à leur stabilisation définitive, avant de retenir une mesure. Ce contrôle, toujours nécessaire, devient moins délicat au-dessus de 800°C.

- La température limite d'utilisation, due essentiellement au fluage de l'enveloppe utilisée, est de 1050°C.

- Le gradient de température ainsi imposé entre le fond des cellules et le couvercle est contrôlé par les thermocouples (fig. 2). Dans

l'intervalle de température 550°C à 1050°C, ce gradient non ajustable varie progressivement de +5°C à 0°C ( $\pm 1^\circ\text{C}$ ).

#### b) Equilibre thermique des cellules :

L'homogénéité de la température dans les différents caloducs est telle qu'aucun écart significatif ne peut être détecté avec les thermocouples (Chromel-Alumel choisis dans un même lot) l'incertitude de mesure étant de l'ordre du degré.

Les mesures d'intensités ioniques apparaissent comme un test plus sensible. Afin de s'affranchir de l'identité imparfaite des orifices d'effusion l'analyse est faite sur les rapports d'intensités ioniques. Ceux-ci montrent une dispersion mesurée de 1 % pour des étalonnages réalisés sur le plomb et l'argent purs ; ils n'évoluent ni en fonction de la température (fig. 3a, 3b), ni en fonction du temps, tout en fluctuant dans le même intervalle.

Pour les systèmes étudiés, des variations de température d'environ 0,6 degré entraîneraient des écarts de 1 % mais la précision de lecture, par elle-même, conduit à une incertitude qui est du même ordre de grandeur. De ce fait les mesures effectuées sur le palier de solidification de l'argent, facilement observable, ne peuvent être définies au mieux qu'à 0,5 % (tableau II - fig. 4).

On peut en conclure que les écarts de température sont inférieurs à une fraction de degré. Ils ne constituent plus alors qu'une cause d'erreur secondaire par rapport à celles qui résultent d'autres difficultés rencontrées lors des mesures à haute température.

Pour effectuer ces tests délicats les conditions des essais ont dû être particulièrement soignées. Il a notamment été attentivement vérifié que le mouvement du four de part et d'autre de l'axe de collimation du jet moléculaire ne perturbait pas sensiblement la température et que l'incertitude sur la position des cellules n'affectait pas les intensités ioniques mesurées<sup>(4)</sup>.

#### IV - CONCLUSION.-

L'utilisation de caloducs dans la réalisation de cellules multiples supprime la principale difficulté que l'on rencontre lors des mesures comparatives au spectromètre de masse : l'établissement d'une température rigoureusement identique dans l'ensemble des cellules d'effusion. En outre les caloducs présentent d'autres avantages :

- La répartition du chauffage n'a pas besoin d'être uniforme. La distance de l'orifice d'effusion à la source peut être raccourcie, et certaines évaporations parasites évitées (ce point sera traité ultérieurement<sup>(1)</sup>).

- L'établissement de conditions isothermes dans des volumes importants améliore la mesure de température parce que les thermocouples et la cellule sont dans une grande zone de température uniforme. L'accroissement du volume utile isotherme permet d'utiliser des cellules de plus grande dimension et, dans le cas de mesures comparatives, d'en augmenter leur nombre.

- Les risques d'interférences qui peuvent se manifester entre cellules, par diffusion ou par tout autre processus, notamment lorsque celles-ci sont usinées dans une même enveloppe, sont minimales à cause des distances plus grandes et de la séparation due à la construction même du caloduc.

Les inconvénients majeurs que l'on pourrait reprocher aux dispositifs à caloducs sont relatifs à la plage maximale de température couverte, assez limitée pour un fluide caloporteur donné, et aux difficultés de réalisation lorsque des températures élevées doivent être envisagées.

En ce qui concerne le premier point une gamme de température de plusieurs centaines de degrés est utilisable. Elle peut être satisfaisante et de toute manière étendue par juxtaposition de mesures obtenues au moyen de caloducs fonctionnant avec des fluides de volatilités différentes. La technique des cellules multiples facilite dans ce cas la normalisation des essais entre eux en permettant de se rapporter à une référence commune.

Pour traiter le second point, des réalisations techniques sont possibles permettant d'atteindre des températures de l'ordre de 2000°C. Des dispositifs de transfert thermique atteignant de telles performances ont déjà été réalisés.

Compte tenu des possibilités remarquables des caloducs comme moyen d'assurer d'une manière fiable l'équilibre de température de cellules d'effusion, ces dispositifs devraient susciter un nouvel intérêt pour les mesures comparatives directes au moyen de cellules d'effusion multiples.

Nous tenons à remercier Monsieur Claude SENILLOU qui participa à la conception et aux tests de l'appareillage.

# REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- (1) CHATILLON C., ALLIBERT M., PATTORET A.  
"Etudes thermochimiques par spectrométrie de masse à haute température : échantillonnage et analyse de l'intensité d'un jet moléculaire pour déterminer des évaporations de surface"  
(A paraître).
- (2) BÜCHLER A., BERKOWITZ-MATTUCK J.  
J. Chem. Phys., 39, (2), 286, (1963).
- (3) STORMS E.  
High Temp. Sci., 1, 456, (1969).
- (4) CHATILLON C., SENILLOU C., ALLIBERT M., PATTORET A.  
"Etudes thermochimiques à haute température par spectrométrie de masse : dispositif pour mesures au moyen de cellules d'effusion multiples"  
Rapport LTPCM-1974-TM-06, (1974).
- (5) CHATILLON C., PATTORET A., DROWART J.  
"Etudes thermochimiques des phases condensées par spectrométrie de masse : analyse de la méthode et revue des résultats"  
(A paraître).
- (6) Spectromètre de masse, type 12-90-HT  
NUCLIDE CORPORATION, 642, East College Avenue, State College, Pa. 16801, U.S.A.
- (7) GROVER G.A., COTTER T.P., ERICKSON G.F.  
J. Appl. Phys., 35, 1990, (1964).
- (8) COTTER T.P.  
Rapport L.A. 3246, U.S.A. (1965).
- (9) DEVERALL J.E., KEMME J.E.  
Rapport L.A. 3211, U.S.A., (1965).
- (10) BUSSE C.A., CARON R., GEIGER F., PÖTZSCHKE M.  
Symposium "Thermoionic Electrical Power Generation", Londres (1965).
- (11) VAN ANDEL E.  
2e Conf. Intern. sur la Production thermoionique d'Energie Electrique, Stresa, Italie (1968).
- (12) SEMERIA R.  
Journées Internationales des Echangeurs de Chaleur, Paris 1971 - Institut Français des Combustibles et de l'Energie".

- (13) IRVINE T.F. Jr., HARTNETT J.P.  
Advances in Heat Transfer, 7, 219 (1971).  
CHISHOLM D.  
"The Heat Pipe" - Mills and Boon Limited (1971).
- (14) VASIL'YEV L.L., KONEV S.V.  
Heat Transfer - Soviet Research, 3, 96, (1971).
- (15) BUSSE C.A.  
J. Heat Transfer, 16, 169, (1973).
- (16) VIDAL C.R., COOPER J.  
J. Appl. Phys., 40, 3370, (1969).
- (17) EDERER D.C., LUCATORTO T., MADDEN R.P.  
Phys. Rev. Letters, 25, 1537, (1970).
- (18) VIDAL C.R., HALLER F.B.  
Rev. Sci. Instr., 42, 1779, (1971).
- (19) HESSEL M.M., JANKOWSKI P.  
J. Appl. Phys., 43, 209, (1972).
- (20) VIDAL C.R., HESSEL M.M.  
J. Appl. Phys., 43, 2776, (1972).
- (21) HESSEL M.M., LUCATORTO T.  
Rev. Sci. Instr., 44, 561, (1973).
- (22) SOROKIN P.P., LANKARD J.R.  
J. Chem. Phys., 54, 2184, (1971).
- (23) BOHDANSKY J., SCHINS M.E.J.  
J. Appl. Phys., 36, 3683, (1965).



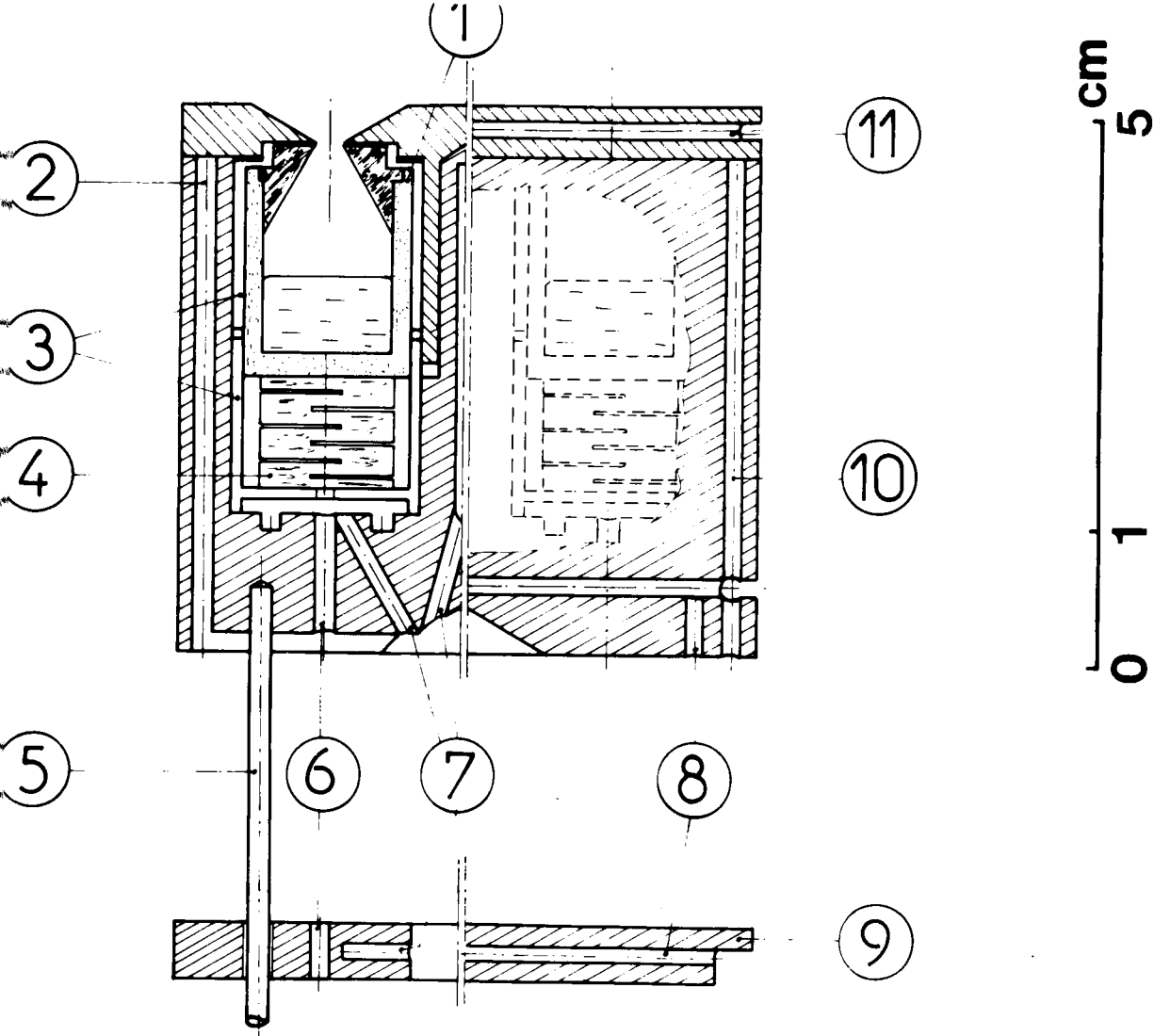


Fig. 1 : Four à cellules d'effusion multiples dont le chauffage est assuré par des résistances noyées dans le bloc porte-cellules.

- (1) Cellule d'effusion comportant un creuset muni de son couvercle.
- (2) Canal                      cylindrique pour introduire les thermocouples au niveau des couvercles des cellules. Contrairement au schéma ces canaux sont situés entre les cellules.
- (3) Chemises en Molybdène.
- (4) Ressorts en graphite dense.
- (5) Supports en Tungstène.
- (6) Orifices pour visée pyrométrique.
- (7) Canaux d'introduction des thermocouples logés au fond des cellules, au centre du four et dans la garde thermique.
- (8) Canaux de logement de la résistance inférieure.
- (9) Garde thermique.
- (10) Canaux de logement de la résistance latérale.
- (11) Canaux de logement de la résistance supérieure.

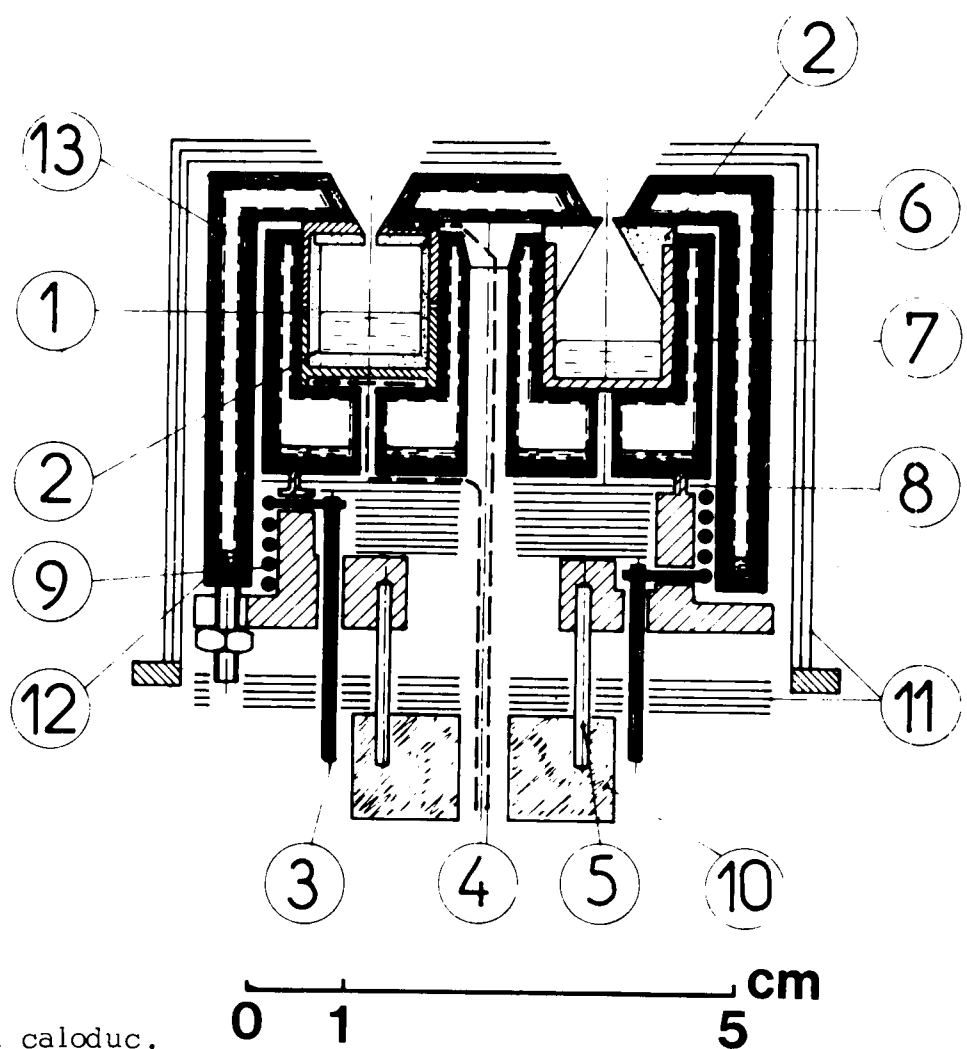


Fig. 2 : Four à caloduc.

- (1) Chemisage des cellules réalisées en Molybdène ou en Tantale.
- (2) Cellules d'effusion comportant des creusets et des couvercles de différents types.
- (3) Supports d'amenées de courant.
- (4) Thermocouples Pt-Rh 6-30.
- (5) Supports en Tungstène.
- (6) Caloduc supérieur.
- (7) Caloduc inférieur.
- (8) Ecrans intérieurs en Tantale.
- (9) Résistance chauffante : fil de tantale gainé d'alumine bobiné sur un support en molybdène.
- (10) Support mobile de l'ensemble.
- (11) Ecrans supérieurs et inférieurs (tantale et nickel).
- (12) Fluide caloporteur : sodium pur.
- (13) Structure capillaire constituée par une grille fine.

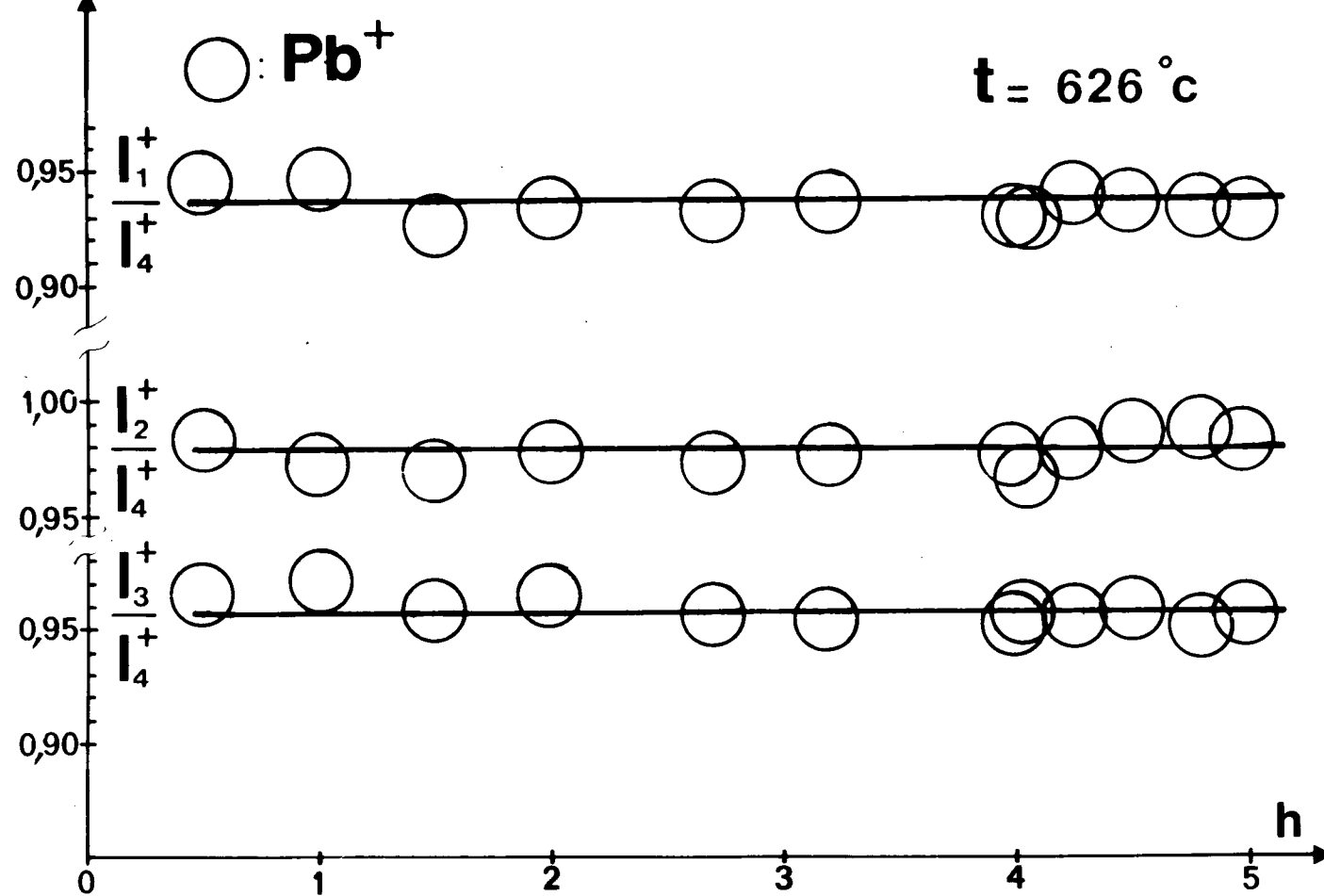


Fig. 3a : Essai Pb-11-J

Mesure des facteurs relatifs d'étalonnage des orifices d'effusion en fonction du temps -exprimé en heures- en conditions isothermes. La taille des points est représentative de l'incertitude due à la lecture, estimée ici à  $\pm 1,5\%$  compte tenu des fortes intensités ioniques ici mesurées.

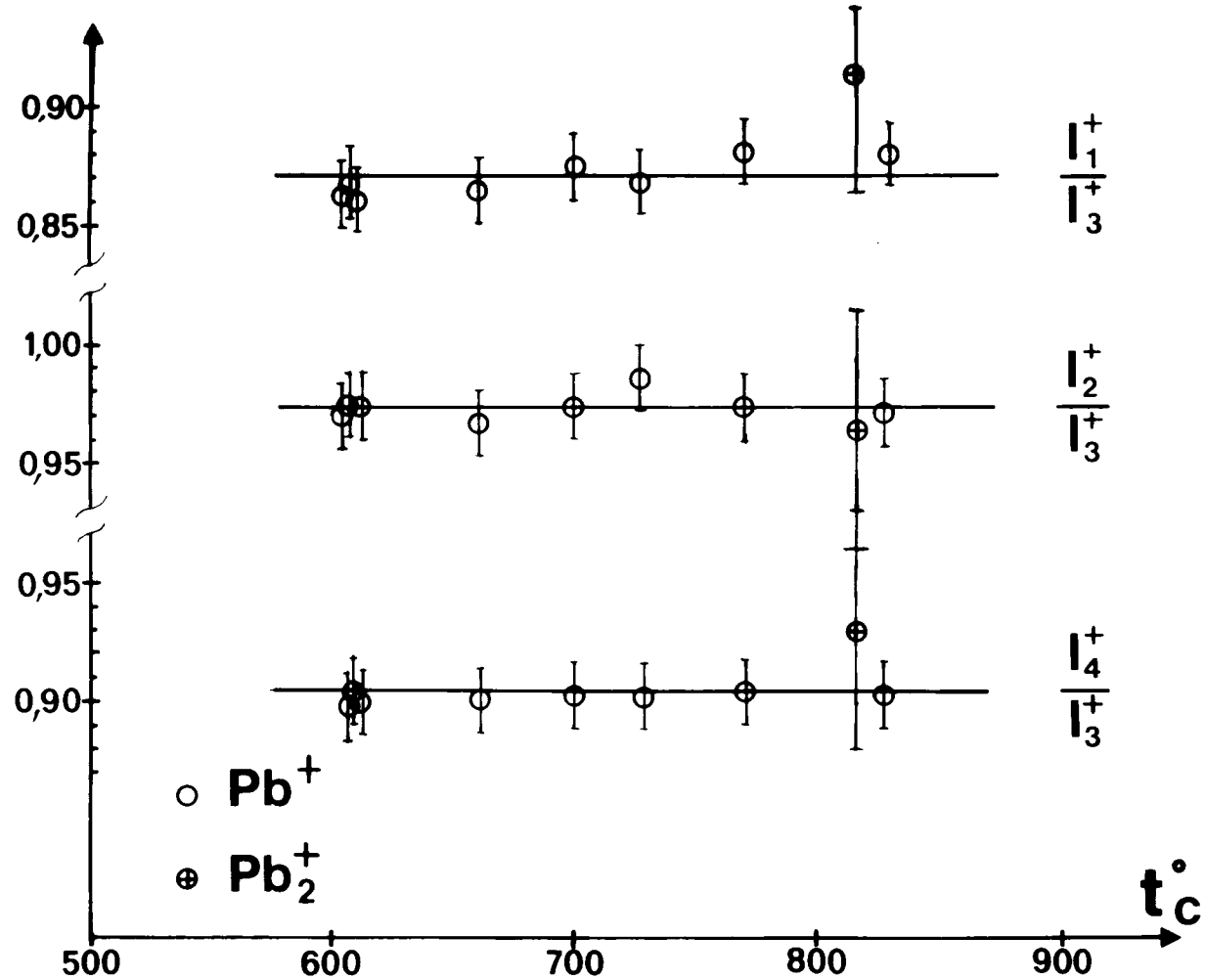


Fig. 3b : Essai Pb-08-J

Mesure des facteurs relatifs d'étalonnage des orifices d'effusion en conditions non isothermes. La mesure sur l'ion  $\text{Pb}_2^+$  est nettement moins précise ( $\pm 5\%$  environ) car elle correspond à de faibles intensités ioniques.

Caractéristiques des cellules d'effusion utilisées :

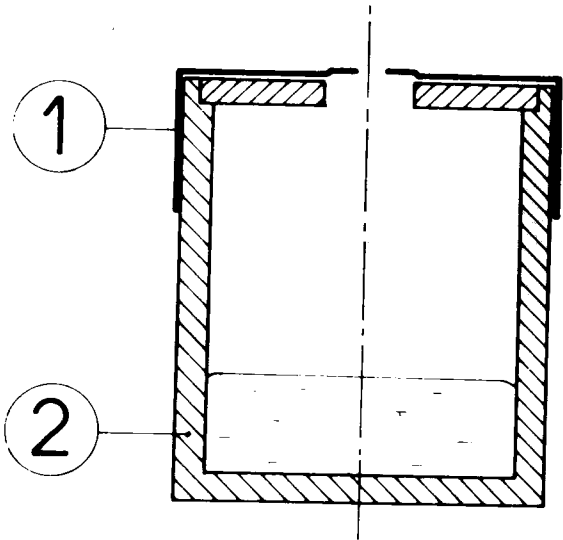
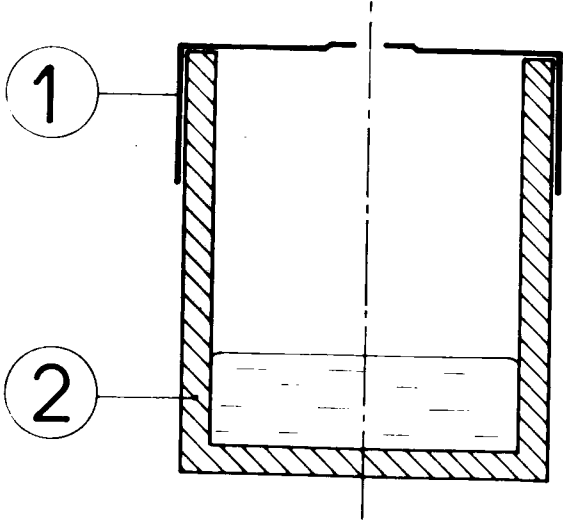
Essais	Figure	Matériaux utilisés	<u>Surface évaporante</u> Surface effusante
Ag-08-J		<p>(1) Couvercle en feuille de Tantale d'épaisseur 0,12 mm. L'orifice d'effusion a un diamètre de 0,8 mm</p> <p>(2) Creuset en Graphite dense 5890 PT, Le Carbone Lorraine</p>	≥ 156
Pb-08-J et Pb-11-J		<p align="center"><u>Produits analysés</u></p> <p>Ag-08-J : Argent 99,9 % en poids.</p> <p>Pb-08-J et Pb-11-J : Plomb R.P. exempt d'argent. Impuretés &lt; 0,02 % en poids.</p>	

Tableau II

Essai Ag-08-J - Rapports d'intensité ionique entre les différentes cellules. Illustration en figure 4.	$I_2^+ / I_1^+$		$I_3^+ / I_1^+$		$I_4^+ / I_1^+$	
	valeur moyenne	$\sigma^*$	valeur moyenne	$\sigma$	valeur moyenne	$\sigma$
25 mesures effectuées sur 12 paliers de température compris entre 664 et 980°C	0,995	$6 \cdot 10^{-3}$	1,001	$3 \cdot 10^{-3}$	0,989	$6 \cdot 10^{-3}$
6 mesures effectuées sur le palier de fusion de l'argent	0,995	$2 \cdot 10^{-3}$	1,002	$4 \cdot 10^{-3}$	0,982	$4 \cdot 10^{-3}$

$\sigma^*$  : écart <sup>Type.</sup> ~~quadratique~~ moyen

N.B. : une différence de 0,01 mm sur le diamètre de deux orifices voisins de 0,8 mm de diamètre, entraîne des réponses qui diffèrent de 1,2 %. Le contrôle des orifices par observation au microscope ne suffit pas ici à remplacer l'étalonnage.

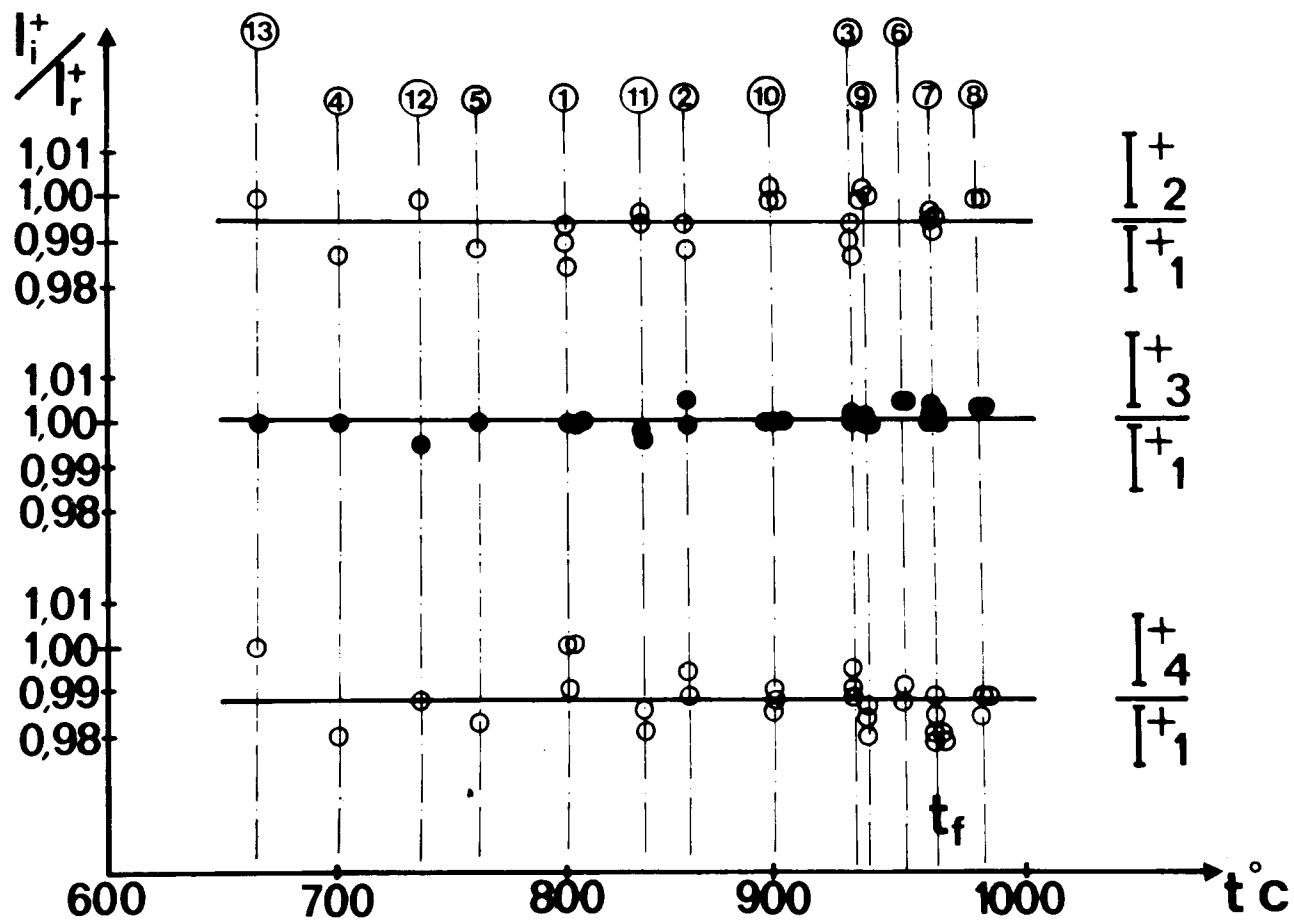


Fig. 4 : Essai Ag-08-J

Mesure des facteurs relatifs d'étalonnage des orifices d'effusion en fonction de la température. Comparaison entre les mesures réalisées au point de fusion ( $t_f$ ) et pour les autres paliers de température. Les numéros indiquent l'ordre dans lequel les mesures ont été effectuées.

Imprimeur : Ecole Nationale Supérieure  
d'Electrochimie et d'Electrometallurgie  
B.P. 44  
Domaine Universitaire

38401 - SAINT MARTIN D'HERES

Tél. : (76) 87.56.30